

BUNDESREPUBLIK DEUTSCHLAND

20. 10. 20

**PRIORITY
DOCUMENT**
SUBMITTED OR TRANSMITTED IN
COMPLIANCE WITH RULE 17.1(a) OR (b)



REC'D	05 NOV 2004
WIPO	PCT

Prioritätsbescheinigung über die Einreichung einer Patentanmeldung

Aktenzeichen: 103 57 091.8

Anmeldetag: 6. Dezember 2003

Anmelder/Inhaber: Degussa AG, 40474 Düsseldorf/DE

Bezeichnung: Vorrichtung und Verfahren zur Abscheidung
feinster Partikel aus der Gasphase

IPC: B 01 J, C 01 B

Die angehefteten Stücke sind eine richtige und genaue Wiedergabe der ursprünglichen Unterlagen dieser Patentanmeldung.

München, den 29. Januar 2004
Deutsches Patent- und Markenamt
Der Präsident
Im Auftrag

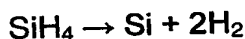
Vorrichtung und Verfahren zur Abscheidung feinsten Partikel aus der Gasphase

Die Erfindung betrifft eine Vorrichtung (nachfolgend auch kurz Apparat, Reaktor oder
5 Pyrolysereaktor genannt) und ein Verfahren zur Abscheidung feinsten Partikel aus
der Gasphase, insbesondere von pulverförmigem Silicium für photovoltaische und
elektronische Anwendungen.

Es ist lange bekannt, durch Gasphasenpyrolyse von Monosilan hochreines Silicium
10 herzustellen (u. a. US 4 676 967, DE 33 11 650, DE 752 280, DE 11 80 346). All
diesen Verfahren ist das Problem gemeinsam, feinste Partikel möglichst effizient zu
erzeugen, von einem Gas zu trennen und zu sammeln. Zuletzt wurde an der
Universität Duisburg das Verfahren weiterentwickelt [Wiggers, Starke, Roth: „Silicon
Particle Formation by Pyrolysis of Silane in a Hot wall Gasphase Reactor“, Chem.
15 Eng. Technol. 24 (2001) 3, Seiten 261 bis 264).

Ausgehend von Monosilan erfolgt die Herstellung von pulverförmigem Silicium nach
der allgemeinen Reaktionsgleichung

20



In der Regel sind die dafür geeigneten Anlagen wie folgt aufgebaut: Der
Pyrolysereaktor besteht aus einem vertikal angeordneten Rohr, wahlweise aus SiSiC
oder Quarzglas. In der oberen Hälfte ist er beheizbar und in einen gekühlten
25 Edelstahlmantel eingebaut. Zur Vermeidung von Anbackungen an der Rohrwand,
wird dieser Bereich von oben her mit Wasserstoff gespült. Das Monosilan wird rein
oder verdünnt mit einem geeigneten Gas von oben eingedüst und in der heißen
Zone zersetzt. Die anfallenden Partikel werden im weiteren Rohrverlauf agglomeriert
und zusammen mit dem aus der Reaktion entstandenen und dem zum Spülen
30 benutzten Wasserstoff abgekühlt. Das Silicium und der Wasserstoff verlassen das
Rohr im unteren Bereich. Anschließend wird ein 100-prozentiger Stickstoff
eingeblassen, um das Wasserstoff/Feststoffgemisch abzukühlen und den Feststoff
besser pneumatisch fördern zu können. Das Silicium wird so durch eine Rohrleitung

in einen Staubfilter gefördert, dort gesammelt und durch pneumatisch abreinigbare Metallfilterkerzen von dem Wasserstoff getrennt. Der Wasserstoff verlässt den Filter und wird in der Regel zu einer Abgasverbrennung geleitet. Das Silicium wird in einem Auffangbehälter gesammelt und ausgeschleust.

5

Nachteilig wirkt sich bei einer solchen Anordnung die Förderung des Siliciumstaubes am Austritt des Reaktorrohres durch eine im Wesentlichen waagrecht bzw. nach oben orientierte Leitung aus. Häufig kommt es hier zu Verstopfung des Förderrohres. Ein weiterer Nachteil ist die Kühlung durch eine Quenche, da hier ein weiteres Gas zugegeben werden muss. Ferner ist die Kapazität eines einzelnen Rohres begrenzt und der apparative Aufwand durch parallele Einzelanlagen daher erheblich. Ferner kam es immer wieder zu Verstopfung bei dem Austrag aus dem Filtergehäuse. Ein weiterer Nachteil ist die Verunreinigung des entstehenden Siliciums durch die Abrasion des Edelstahls.

10

15

Aufgabe der Erfindung war es nun, eine Möglichkeit bereitzustellen, um die genannten Nachteile zu mindern.

20

Die Aufgabe wird erfindungsgemäß entsprechend den Merkmalen der Patentansprüche gelöst. So wurde vorteilhaft folgende Konstruktion gefunden:

25

Der neue Pyrolysereaktor besteht aus einem oder mehreren Reaktionsrohren, beispielsweise fünf unabhängig voneinander beheizbare Rohre, die in einem vorzugsweise gekühlten Druckbehälter eingebaut sind. Unterhalb der Auslassseite der im Wesentlichen vertikal orientierten Reaktionsrohre ist der Sammelkonus für Produkt angeordnet, d. h. der Druckbehälter ist so ausgeführt, dass sein unterer Teil gleichzeitig zum Auffangen und Sammeln von bei der Zersetzungsreaktion entstehenden Partikeln dient, wobei zusätzlich der Sammelkonus am tiefsten Punkt vorteilhaft mit einer Auslassschleuse für Pulver, d. h. Produkt, verbunden ist. Beim

30

Einsatz von Monosilan zur Erzeugung von Silicium bestehen die Reaktionsrohre vorzugsweise aus SiSiC oder Quarzglas. Für andere Produkte sind selbstverständlich auch andere Werkstoffe, beispielsweise metallische Werkstoffe

geeignet. Länge und Durchmesser der Rohre hängen in der Regel von der gewünschten Produktionskapazität, vom einzusetzenden Gas bzw. Zielprodukt und Verdünnungsgas ab. Bevorzugt setzt man hier Reaktionsrohre mit einer Länge von 0,6 bis 7 m und einem Durchmesser von wahlweise 30 bis 400 mm ein. Der obere Teil aller Rohre ist mit einer oder mehreren Heizzonen, vorzugsweise zwischen 2 bis 6, ausgestattet. Bevorzugt setzt man eine elektrische Widerstandsheizung ein, wodurch man die Reaktionsrohre, d. h. den Zersetzungsbereich in den Reaktionsrohren geeigneterweise auf eine Temperatur oberhalb der Zersetzungstemperatur des Substrats, vorzugsweise von 800 bis 1 100 °C, aufheizen kann. Die maximal erreichbare Temperatur in den Rohren liegt für Quarzglas bei 1 000 °C, an den Rohrwänden bei 1 100 °C. Insbesondere durch die Anordnung von fünf Reaktionsrohren steigt die Kapazität bei einem erfindungsgemäßen Apparat stark an, bei gleichzeitiger kosteneffizienter Nutzung des Reaktormantels und der Peripherie, wie z. B. der Regelungs- und Sicherheitstechnik der Gasverordnung. Die untere Hälfte eines Reaktionsrohres dient als Agglomerations- und Koaleszenzzone, wobei geeigneterweise gleichzeitig das Feststoff/Gasgemisch auf unter 100 °C abkühlt wird, z. B. über eine Wasserkühlung eines Doppelmantels. Die Zuführung von Fremdgas in eine Quenche wird somit überflüssig. Das so abgekühlte Gas/Feststoffgemisch verlässt die einzelnen Reaktionsrohre, und das in der Regel rieselfähige Produkt (nachfolgend auch Partikel, Feststoff oder Pulver genannt) fällt nach unten in den Sammelkonus. Auf jegliche Förderorgane kann somit verzichtet werden, so dass Kontaminationen und Kosten in einfacher und wirtschaftlicher Weise reduziert werden. Der Feststoff kann hier beispielsweise über ein Doppelklappensystem vorteilhaft nach unten in einen gasdichten und inertisierbaren Container oder Schmelzofen oder andere weiterverarbeitende Verfahrensstufen ausgeschleust werden.

Im Bereich des Konus kann als zusätzliche Fluidisierhilfe eine pneumatische Austragshilfe installiert werden, die in bestimmten Zeitabständen über einen Wasserstoffstrom den Feststoff beispielsweise in einen fest angedockten Container oder Schmelzofen ausfördert, soweit dies nicht gravimetrisch erfolgt. Der Container

oder die Einlassseite für einen Schmelzofen kann mit einer Eintragsklappe ausgestattet sein, die während des Befüllvorgangs zusammen mit der Austragsklappe des Reaktors (6a) geöffnet ist oder abwechselnd als Doppel-Pendelklappe betrieben wird.

5

Der Wasserstoff verlässt den Pyrolysereaktor geeigneterweise nach oben über die integrierte, zentral angeordnete Filter- bzw. Gasauslasseinheit.

10

Dieser im erfindungsgemäßen Reaktor integrierte Filter verfügt bevorzugt über eine oder mehrere Filterkerzen aus Sintermetall, Keramik, Fasern oder Kunststoff, von denen jeweils eine oder mehrere gleichzeitig nach Erreichen einer bestimmten Druckdifferenz mit einem Gasdruckstoß von einem Gasspeicher rückgespült und damit abgereinigt werden können. Die Abreinigung kann wahlweise mit einem Inertgas, wie z. B. Argon oder vorteilhaft dem Gas aus der Zersetzungsreaktion, wie z. B. Wasserstoff, betrieben werden. Das Gas bzw. Gasgemisch verlässt den Filter und kann beispielsweise einer Abgasbehandlung zugeführt werden.

15

Alle produktberührten Oberflächen werden vorteilhaft in einem Material ausgeführt bzw. beschichtet, das eine Produktverunreinigung ausschließt. Für Silicium als Produkt können beispielsweise Keramik oder Kunststoffe, wie Polyethylen (PE), Ethylentetrafluorethylen (ETFE), Polytetrafluorethylen (PTFE), oder Silicium, vorteilhaft verwendet werden. Dies führt zusammen mit den Filterkerzen zur Vermeidung von metallischen Verunreinigungen des Siliciums.

20

Der unterschiedlichen thermischen Ausdehnung von Rohren und Mantel wird bei der vorliegenden Erfindung bevorzugt dadurch Rechnung getragen, dass sie sich oben frei ausdehnen können, was beispielsweise bereits durch eine geeignete Abdichtung zwischen Rohr und Stutzen erreicht werden kann. Darüber hinaus werden die Reaktionsrohre vorteilhaft durch wassergekühlte Stahlflansche im Stahlmantel des Druckbehälters gehalten.

25

30

Fig. 1 gibt in einer Skizze eine bevorzugte Ausführungsform der vorliegenden Erfindung wieder.

Gegenstand der vorliegenden Erfindung ist eine Vorrichtung (nachfolgend auch
5 Apparat, Reaktor oder Pyrolysereaktor genannt) zur thermischen Zersetzung
flüchtiger Verbindungen (nachfolgend auch kurz als Substrat bezeichnet) und
Abscheidung dabei entstehender Partikel, die mindestens die folgenden
Kennzeichen aufweist,

- einen Druckbehälter (1),
- 10 - mindestens ein Reaktionsrohr (2), das mit seinem offenen Ende (2c) in den
Druckbehälter hinein reicht, das andere Ende sich außerhalb des Druckbehälters
befindet und mit einer Gaszuführung (3) versehen ist, sodass dessen offenes
Ende (2c) in einen Produktsammelkonus (1b) hineinragt, die Längsachse des
Reaktionsrohres in Richtung der Gravitation und parallel zur Längsachse des
15 Druckbehälters (1d) orientiert ist, das Reaktionsrohr gaseinlassseitig beheizbar
(2a) und gasauslassseitig kühlbar (2b) ist,
- der Druckbehälter (1) in seinem unteren Teil über einen Sammelkonus (1a)
verfügt, wobei das offene Ende des bzw. der Reaktionsrohre (2c) in den
Gasraum des Sammelkonus (1b) hineinreicht,
- 20 - der Sammelkonus (1a) mit einer Auslassschleuse (6) für Partikel (P) verbunden
ist und
- einer Gasauslasseinheit (7), die mit einer Gasführung (7a), deren
Gaseinlassbereich (7b) mit dem Gasraum (1b) des Sammelkonus (1a) in
Verbindung steht, einem Filtersystem (8) und einem Gasauslass (9), der
25 außerhalb des Druckbehälters liegt, ausgestattet ist.

Bevorzugt sind bei der erfindungsgemäßen Vorrichtung die Außenwände des
Druckbehälters (1) kühlbar (1c), beispielsweise durch einen Doppelmantel mit
Wasser als Kühlmittel.

30

Darüber hinaus kann die erfindungsgemäße Vorrichtung mit mindestens einem
Rohrboden (1e) ausgestattet sein, der die vorhandenen Reaktionsrohre (2),

geeigneterweise auslassseitig, und das Filterrohr (7) einschließt und stabilisiert. Dabei werden das Filterrohr (7) sowie die Reaktionsrohre (2) gegenüber dem Reaktor (1) sowie dem Rohrboden (1e) vorteilhaft durch O-Ringe (1f) abgedichtet, vgl. Fig. 1.

5

Ein Reaktionsrohr (2) einer erfindungsgemäßen Vorrichtung besitzt vorzugsweise eine Länge von 60 bis 700 cm, besonders bevorzugt 100 bis 600 cm, und einen Durchmesser von 30 bis 400 mm, besonders bevorzugt 50 bis 200 mm.

10 Geeigneterweise bestehen bei erfindungsgemäßen Vorrichtungen die Reaktionsrohre (2) aus Metall, Siliciumnitrid, Siliciumcarbid, SiSiC, d. h. Si-infiltriertes Siliciumcarbid, oder Quarzglas.

Bevorzugt sind bei erfindungsgemäßen Vorrichtungen die Reaktionsrohre (2) jeweils
15 gaseinlassseitig von einer elektrischen Widerstandsheizung (4) ummantelt, wobei ein Reaktionsrohr (2) geeigneterweise über 30 bis 70 %, besonders bevorzugt über 40 bis 60 %, seiner Länge beheizbar ist.

Ferner sind die Reaktionsrohre (2) zu ihrer offenen Seite hin (2b) von einer
20 Kühleinheit (5) umgeben.

Darüber hinaus sind erfindungsgemäße Vorrichtungen geeigneterweise mit 2 bis 36, vorzugsweise 3 bis 18, besonders bevorzugt 4 bis 6, insbesondere 5
Reaktionsrohren (2) ausgestattet.

25

Geeigneterweise wird bei der Ausführung des Neigungswinkels des Sammelkonus (1a) gegenüber der Achse des Druckbehälters (1) der Schüttwinkel des Produkts berücksichtigt. So liegt der Winkel zwischen Wand des Sammelkonus (1a) und Achse des Druckbehälters (1d) vorzugsweise zwischen 70° und 20°, besonders
30 bevorzugt zwischen 45° und 15°.

Weiterhin verfügen erfindungsgemäße Vorrichtungen über eine Auslassschleuse (6)

mit Doppelklappensystem (6a, 6b), wodurch das Produkt in einfacher, wirtschaftlicher und Produkt schonender Weise ausgeschleust und für die Weiterverarbeitung bereit gestellt werden kann.

5 Das bei der Zersetzungsreaktion gemäß $G \rightarrow P + G'$ anfallende Gasgemisch G' , vgl. auch Figur 1, kann bei erfindungsgemäßen Vorrichtungen bevorzugt über ein Filtersystem (8) mit einer oder mehreren Filterkerzen, die geeigneterweise aus Sintermetall, Keramik, Fasern oder Kunststoff bestehen, abgeführt werden.

10 Bei erfindungsgemäßen Vorrichtungen werden die Reaktionsrohre (2) und die Gasauslasseinheit (7) bevorzugt über wassergekühlte Stahlflansche mit dem Druckbehälter (1) verbunden.

Weiterhin ist Gegenstand der vorliegenden Erfindung ein Verfahren zur thermischen Zersetzung mindestens einer flüchtigen Verbindungen und Abscheidung dabei entstehender Partikel unter Einsatz einer erfindungsgemäßen Vorrichtung, indem man

- 15 - die jeweiligen Reaktionsrohre (2) einlassseitig (2a) auf die Zersetzungstemperatur der flüchtigen Verbindung erhitzt und den unteren Bereich (2b) der Reaktionsrohre kühlt,
- 20 - die flüchtige, thermisch zersetzbare Verbindung, beispielsweise eines Elements aus der Reihe Si, Ge, C, N, Fe, Ti, Zr, Al, Ga oder Gemische daraus, gegebenenfalls mit einem hier im Wesentlichen inerten Gas verdünnt, vorzugsweise Argon oder Wasserstoff, und dieses Gas bzw. Gasgemisch (G) über die jeweilige Gaszuführung (3) den Reaktionsrohren (2) zuführt,
- 25 - die bei der Zersetzung entstandenen und im Sammelkonus (1a) angefallenen Partikel (P) über die Schleuseneinheit (6) ausschleust und
- 30 - das bei der Zersetzungsreaktion entstehende Gas bzw. Gasgemisch (G') (nachfolgend auch kurz Zersetzungsgas genannt) über den Gasauslass (9) abführt, wobei man den Druck im Druckbehälter (1) im Wesentlichen konstant hält.


Geeigneterweise wird dabei der bevorzugte einlassseitige Teil der Reaktionsrohre (2a) auf eine Temperatur von 800 bis 1 100 °C, besonders bevorzugt von 900 bis 1 000 °C, erhitzt und der untere Teil der Reaktionsrohre (2b, 2c) auf eine Temperatur ≤ 100 °C, vorzugsweise 10 bis 60 °C, gekühlt.

5

Insbesondere führt man bei erfindungsgemäßen Verfahren dem Pyrolysereaktor Monosilan unverdünnt (G) oder verdünnt mit Wasserstoff (G) zu. So gewinnt man bei erfindungsgemäßen Verfahren vorteilhaft hochreines Siliciumpulver (P), wobei man das Produkt (P) bevorzugt batchweise aus dem Sammelkonus (5) über ein Doppelklappensystem (6a, 6b) der Auslassschleuse (6) ausschleust.

10

Darüber hinaus kann man nach dem erfindungsgemäßen Verfahren auch andere feinstteilige Partikel vorteilhaft durch pyrolytische Zersetzung flüchtiger Verbindungen herstellen, so z. B. Siliciumnitrid aus SiH_4 und NH_3 oder SiO_2 aus SiCl_4 , H_2 und Luft.



Patentansprüche:

1. Vorrichtung zur thermischen Zersetzung flüchtiger Verbindungen und Abscheidung dabei entstehender Partikel, die mindestens die folgende

5 Kennzeichen aufweist,

- einen Druckbehälter (1),
- mindestens ein Reaktionsrohr (2), das mit seinem offenen Ende (2c) in den Druckbehälter hinein reicht, das andere Ende sich außerhalb des Druckbehälters befindet und mit einer Gaszuführung (3) versehen ist, die
- 10 Längsachse des Reaktionsrohres in Richtung der Gravitation und parallel zur Längsachse des Druckbehälters (1d) orientiert ist, das Reaktionsrohr gaseinlassseitig beheizbar (2a) und gasauslassseitig kühlbar (2b) ist,
- der Druckbehälter (1) in seinem unteren Teil über einen Sammelkonus (1a) verfügt, wobei das offene Ende des bzw. der Reaktionsrohre (2c) in den
- 15 Gasraum des Sammelkonus (1b) hineinreicht,
- der Sammelkonus (1a) mit einer Auslassschleuse (6) für Partikel (P) verbunden ist und
- einer Gasauslasseinheit (7), die mit einer Gasführung (7a), deren Gaseinlassbereich (7b) mit dem Gasraum (1b) des Sammelkonus (1a) in
- 20 Verbindung steht, einem Filtersystem (8) und einem Gasauslass (9), der außerhalb des Druckbehälters liegt, ausgestattet ist.

2. Vorrichtung nach Anspruch 1,

dadurch gekennzeichnet,

25 dass die Außenwände des Druckbehälters (1) kühlbar (1c) sind.

3. Vorrichtung nach Anspruch 1 oder 2,

dadurch gekennzeichnet,

dass ein Reaktionsrohr (2) eine Länge von 60 bis 700 cm besitzt.

4. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 1 bis 3,
dadurch gekennzeichnet,
dass ein Reaktionsrohr (2) einen Durchmesser von 30 bis 400 mm besitzt.
- 5 5. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 1 bis 4,
dadurch gekennzeichnet,
dass ein Reaktionsrohr (2) aus Metall, Siliciumnitrid, Siliciumcarbid, Si-
infiltriertem Siliciumcarbid oder Quarzglas besteht.
- 10 6. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 1 bis 5,
dadurch gekennzeichnet,
dass ein Reaktionsrohr (2) gaseinlassseitig von einer elektrischen
Widerstandsheizung (4) ummantelt ist.
- 15 7. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 1 bis 6,
dadurch gekennzeichnet,
dass ein Reaktionsrohr (2) zu seiner offenen Seite hin (2c) von einer
Kühleinheit (5) umgeben ist (2b).
- 20 8. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 1 bis 7,
dadurch gekennzeichnet,
dass ein Reaktionsrohr (2) über 30 bis 70 % seiner Länge beheizbar ist.
- 25 9. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 1 bis 8,
gekennzeichnet durch
2 bis 36 Reaktionsrohre (2).
- 30 10. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 1 bis 9,
gekennzeichnet durch
eine Auslassschleuse (6) mit Doppelklappensystem (6a, 6b).

11. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 1 bis 10,
gekennzeichnet durch
ein Filtersystem (8) mit einer oder mehreren Filterkerzen.

5 12. Vorrichtung nach Anspruch 11,
gekennzeichnet durch
Filterkerzen aus Sintermetall, Keramik, Fasern oder Kunststoff.

10 13. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 1 bis 12,
dadurch gekennzeichnet,
dass Reaktionsrohre (2) und die Gasauslasseinheit (7) über wassergekühlte
Stahlfansche mit dem Druckbehälter (1) verbunden sind.

15 14. Verfahren zur thermischen Zersetzung mindestens einer flüchtigen
Verbindungen und Abscheidung dabei entstehender Partikel unter Einsatz einer
Vorrichtung nach einem der Ansprüche 1 bis 13, indem man

- die jeweiligen Reaktionsrohre (2) einlassseitig (2a) auf die
Zersetzungstemperatur der flüchtigen Verbindung erhitzt und den unteren
Bereich (2b) der Reaktionsrohre kühlt,
- 20 - die flüchtige, thermisch zersetzbare Verbindung gegebenenfalls mit einem
im Wesentlichen inerten Gas verdünnt und dieses Gas bzw. Gasgemisch
(G) über die jeweilige Gaszuführung (3) den Reaktionsrohren (2) zuführt,
- die bei der Zersetzung entstandenen und im Sammelkonus (1a)
angefallenen Partikel (P) über die Schleuseneinheit (6) ausschleust und
- 25 - das bei der Zersetzungsreaktion entstehende Gas bzw. Gasgemisch (G')
über den Gasauslass (9) abführt, wobei man den Druck im Druckbehälter
(1) im Wesentlichen konstant hält.

15. Verfahren nach Anspruch 14,

dadurch gekennzeichnet,

dass man den einlassseitigen Teil der Reaktionsrohre (2a) auf eine Temperatur oberhalb der Zersetzungstemperatur des Substrats, im Falle von SiH_4 von 800 bis 1 100 °C, erhitzt.

5

16. Verfahren nach Anspruch 14 oder 15,

dadurch gekennzeichnet,

dass man den unteren Teil der Reaktionsrohre (2b, 2c) auf eine Temperatur ≤ 100 °C abkühlt.

10

17. Verfahren nach einem der Ansprüche 14 bis 16,

dadurch gekennzeichnet,

dass man Monosilan unverdünnt (G) oder verdünnt mit Wasserstoff (G) dem Pyrolysereaktor zuführt.

15

18. Verfahren nach Anspruch 17,

dadurch gekennzeichnet,

dass man hochreines Siliciumpulver (P) gewinnt, wobei man das Produkt (P) batchweise aus dem Sammelkonus (5) über ein Doppelklappensystem (6a, 6b) der Auslassschleuse (6) ausschleust.

20

Zusammenfassung:**Vorrichtung und Verfahren zur Abscheidung feinsten Partikel aus der Gasphase**

5

Die vorliegende Erfindung betrifft eine Vorrichtung zur thermischen Zersetzung flüchtiger Verbindungen und Abscheidung dabei entstehender Pulver, welche mindestens die folgende Kennzeichen aufweist,

- einen Druckbehälter (1),
- 10 - mindestens ein Reaktionsrohr (2), das mit seinem offenen Ende (2c) in den Druckbehälter hinein reicht, das andere Ende sich außerhalb des Druckbehälters befindet und mit einer Gaszuführung (3) versehen ist, die Längsachse des Reaktionsrohres in Richtung der Gravitation und parallel zur Längsachse des Druckbehälters (1d) orientiert ist, das Reaktionsrohr gaseinlassseitig beheizbar
- 15 (2a) und gasauslassseitig kühlbar (2b) ist,
- der Druckbehälter (1) in seinem unteren Teil über einen Sammelkonus (1a) verfügt, wobei das offene Ende des bzw. der Reaktionsrohre (2c) in den Gasraum des Sammelkonus (1b) hineinreicht,
- der Sammelkonus (1a) mit einer Auslassschleuse (6) für Pulver (P) verbunden ist
- 20 und
- einer Gasauslasseinheit (7), die mit einer Gasführung (7a), deren Gaseinlassbereich (7b) mit dem Gasraum (1b) des Sammelkonus (1a) in Verbindung steht, einem Filtersystem (8) und einer Gasauslass (9), der außerhalb des Druckbehälter liegt, ausgestattet ist.

25

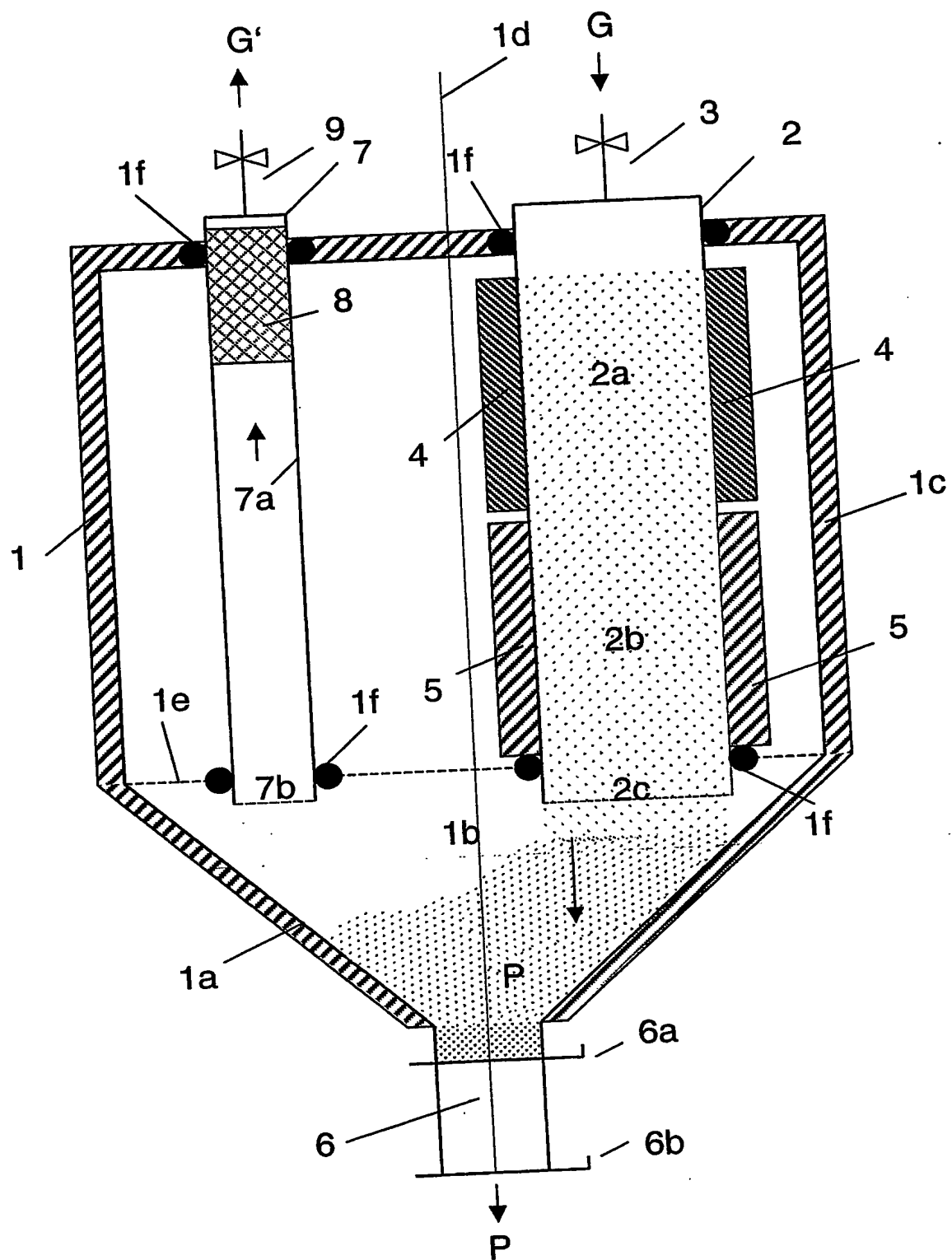
Ferner betrifft die vorliegende Erfindung ein Verfahren zur thermischen Zersetzung mindestens einer flüchtigen Verbindungen und Abscheidung dabei entstehender Partikel unter Einsatz einer erfindungsgemäßen Vorrichtung, wobei man

- die jeweiligen Reaktionsrohre (2) einlassseitig (2a) auf die Zersetzungstemperatur der Verbindung erhitzt und den unteren Bereich (2b) der
- 30 Reaktionsrohre kühlt,
- die flüchtige, thermisch zersetzbare Verbindung gegebenenfalls mit einem im Wesentlichen inerten Gas verdünnt und dieses Gas bzw. Gasgemisch (G) über

die jeweiligen Gaszuführungen (3) den Reaktionsrohren (2) zuführt,

- die bei der Zersetzung entstandenen und im Sammelkonus (1a) angefallenen Partikel über die Schleuseneinheit (6) ausschleust und
 - das bei der Zersetzungsreaktion entstehende Gas bzw. Gasgemisch (G') über
- 5 den Gasauslass (9) abführt, wobei man den Druck im Druckbehälter (1) im Wesentlichen konstant hält.





**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record.**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

☒ **BLACK BORDERS**

☐ **IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**

☐ **FADED TEXT OR DRAWING**

☐ **BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING**

☐ **SKEWED/SLANTED IMAGES**

☐ **COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS**

☐ **GRAY SCALE DOCUMENTS**

☒ **LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT**

☒ **REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY**

☐ **OTHER:** _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.